

РАЗРАБОТКА АУСТЕНИТНО-ФЕРРИТНОЙ СТАЛИ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ ДЛЯ УПРУГИХ ЭЛЕМЕНТОВ В ТОЧНОМ МАШИНОСТРОЕНИИ

DEVELOPMENT AUSTENITE-FERRITE STEEL NEW GENERATION FOR ELASTIC ELEMENTS IN THE PRECISION ENGINEERING INDUSTRY

А.В.Левина, Л.А., Мальцева, А.А. Архангельская, Т.В. Мальцева, Н.Н. Озерец
УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург
mla44@mail.ru

Abstract

The features of structure formation and mechanical properties of austenitic- ferritic steel 03Kh13N10K5M2Yu2T have been studied at different stages of thermoplastic processing. The technology has been developed and the reasons of formation of high-strength condition had been analysed.

Keywords: austenite, δ -ferrite, induced strain martensite, durability, aging, intermetallic phase.

ВВЕДЕНИЕ

Аустенитно-ферритные стали находят широкое применение в различных отраслях современной техники, особенно в химическом машиностроении, судостроении, пищевой промышленности, авиации. Новые разработанные аустенитно-ферритные (дуплекс) стали марки 03X13N10L5M2Ю2Т¹ имеют все преимущества промышленных сталей этой группы – повышенный предел текучести по сравнению с аустенитными сталями, отсутствие склонности к росту зерна при сохранении двухфазной структуры, хорошая свариваемость и меньшая склонность к межкристаллитной коррозии. Однако промышленные дуплекс стали имеют ряд недостатков, такие как образование σ -фазы и 475-градусная хрупкость, связанная с явлениями упорядочения и расслоения. Эти процессы накладывают существенное ограничение на режимы их технологии производства и области применения. В связи с особенностями их легирования (низкое содержание углерода $\leq 0,03\%$, пониженное содержание хрома до 14%, по сравнению с 20-25% у промышленных дуплекс-сталей, дополнительное легирование никелем, кобальтом и алюминием) разработанные нами новые аустенитно-ферритные стали лишены вышеуказанных недостатков. Известно [1,2], что состав многокомпонентных коррозионностойких сталей необходимо строго контролировать для поддержания сбалансированного содержания феррито- и аустенитообразующих элементов для точного попадания в нужный структурный класс для заданного пропорционального соотношения фаз. Количество аустенита и феррита в дуплекс-сталях должно быть примерно в равных количествах (но не менее 30 % каждой) [3]. Поэтому уменьшение содержания хрома в сталях было скомпенсировано увеличением содержания другого сильного ферритообразующего элемента – алюминия для попадания в заданный структурный класс. Кроме того, есть данные [4], указывающие на то, что легирование алюминием подавляет процесс образования σ -фазы.

Для получения высокопрочного состояния необходима отработка трех последовательных тех-

нологических операций: закалка на пересыщенные α - и γ - твердые растворы, холодная пластическая деформация волочением или плющением и последующее последеформационное старение, которое можно проводить на готовых изделиях. Отработка технологических режимов получения высокопрочной проволоки и ленты для медицинского инструмента и упругих элементов на всех этапах технологического цикла является целью данной работы. С этой целью проводили изучение структурных особенностей, температурных интервалов и условий образования интерметаллидных фаз, их морфологии и распределения в матрице, а также установления их роли в обеспечении высокого комплекса физико-механических свойств аустенитно-ферритной стали 03X13N10K5M2Ю.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектом исследования служили прутковые заготовки стали 03X13N10K5M2Ю2Т диаметром 14,0 и 10,0 мм из которых изготавливали цилиндрические образцы разрывного типа с головками. Деформацию волочением проволоки с диам. 8,0 мм до 0,8 мм на волочильных станах с единичными

обжатиями порядка 20 % ($\varepsilon = \frac{F_0 - F_{\text{тек}}}{F_0} \cdot 100\%$).

По маршруту волочения через 2-3 прохода отбирали образцы для испытаний, при этом степень деформации протянутых образцов определяли по

формуле $e = 2 \ln \frac{d_0}{d_{\text{тек}}}$. Микроструктурные исследова-

ния проводили на оптическом микроскопе OLIMPUSJX-51 при увеличении до 500 крат;

Электронно-микроскопический анализ и микродифракционные исследования проводили на микроскопах JEM-200CX и JSM-5610LV;

Терморентгеноструктурный фазовый анализ проводили с использованием температурной камеры Anton Paar HTK 1200N в интервале температур от 20 до 1100°С с шагом 100°С и экспозицией в каждой точке в интервале углов отражения $\theta = 12-70^\circ$ в К- α медном излучении.

¹ Патент № 2116373 БИ № 21 от 27.07.1998г.

Анализ текстуры проводился с помощью обратных полюсных фигур, построенных дифрактометрическим методом.

Для количественного фазового анализа выполнялась съемка дифракционных спектров на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН-4 с использованием монохроматизированного CoK_α излучения. Съемка выполнялась в интервале углов 2θ от 10 до 130 градусов с шагом $0,1^\circ$ и экспозицией в каждой точке 3–5 секунд в геометрии Брегга-Брентано.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Структура аустенитно-ферритной стали 03X13H10K5M2Ю2Т после закалки от 1000°C состоит в основном из двух основных фаз – аустенита и δ -феррита примерно в равных количествах (50 : 50). Такое соотношение фаз сохраняется стабильным в интервале температур от 800 до 1100°C . Изменение количественного соотношения фаз в сторону увеличения δ -феррита происходит при нагреве до 1200°C и выше и, при температуре 1300°C основной фазой является δ -феррит, на фоне которого наблюдаются выделения вторичного аустенита вследствие недостаточно высокой скорости охлаждения. В ранее проведенных исследованиях [5–7] было показано, что δ -феррит исследуемой стали обладает аномально высокой твердостью ($\geq 500\text{ HV}$), в то время как твердость аустенита невысокая ($\approx 200\text{ HV}$). Для установления причины столь высокой твердостью δ -феррита было проведено электронно-микроскопическое исследование закаленной от 1300°C (и 1000°C) в воде стали 03X14H10K5M2Ю2Т, которое показало (рис. 1, а), что фазовыми составляющими

Микрорентгеноспектральный анализ – на растровом электронном микроанализаторе PhilipsSEM 535 с приставкой JeolJSM-6490LV с системой микроанализа OxfordInstrumentsIncaEnergy 350;

Микротвердость измеряли на автоматическом твердомере серии РС фирмы «Лесо» с программируемым шагом и нагрузкой 0,001 кг, а также на твердомере ПМТ-3;

Механические свойства при одноосном растяжении проводили на разрывной машине Instron-3382 по ГОСТ 1497-84.

структуры после закалки являются аустенит, δ -феррит.

На электронно-микроскопических картинах, снятых с участков δ -феррита, обнаружены сверхструктурные рефлексы, которые являются запрещенными для δ -феррита (рис. 1, д, е). Как показывает анализ электронограмм, выявляемая сверхструктура лучше всего описывается решеткой типа В2. Темнопольное изображение в сверхструктурном рефлексе (001) (рис. 1, б) указывает на присутствие («свечение») в кристаллах δ -феррита высокодисперсных равномерно распределенных частиц округлой формы. Все это позволяет сделать вывод, что в δ -феррите даже в закаленном состоянии наблюдаются выделения интерметаллидной фазы (Fe,Ni)Al с решеткой типа В2. На электронных микродифракциях структурные рефлексы от решетки интерметаллида (Fe,Ni)Al полностью совпадают с рефлексами, полученными при отражении от ОЦК-решетки δ -феррита, что свидетельствует о когерентной связи между этими решетками.

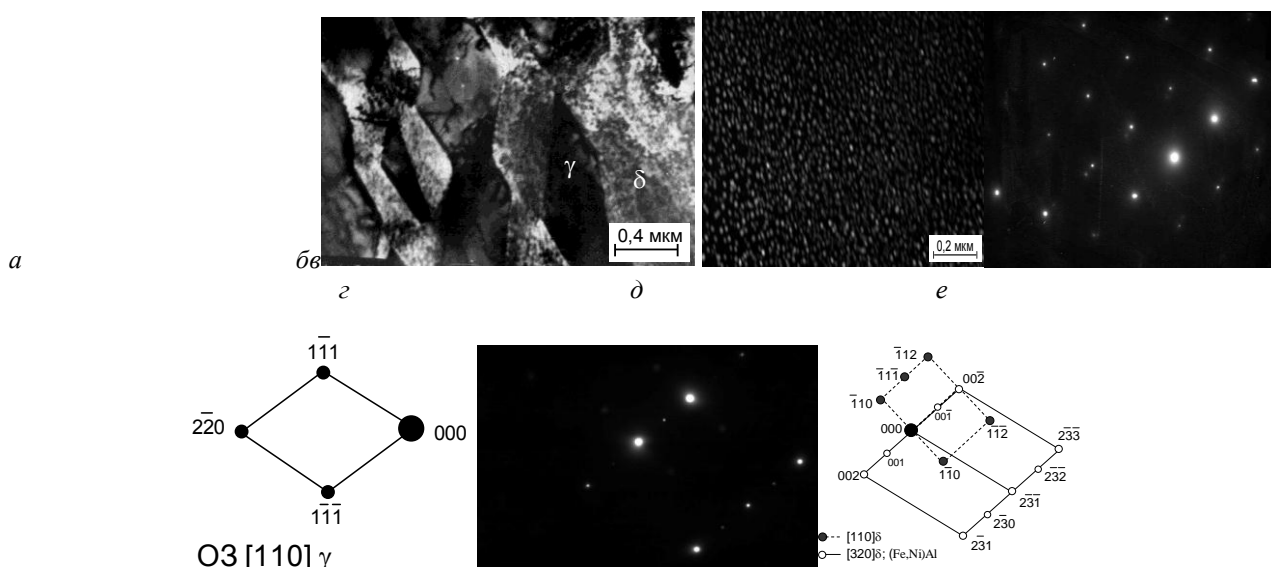


Рис. 1. Тонкая структура стали 03X13H10K5M2Ю2Т после закалки от 1300°C :

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в сверхструктурном рефлексе (001) $_{\text{FeNiAl}}$; микродифракция (в) и схема ее расшифровки (г) с участка γ -фазы; микродифракция (д) и схема ее расшифровки (е) с участка δ -фазы;

На микродифракционных картинах аустенита присутствуют отражения только от его решетки (рис. 1, в, з). Это свидетельствует о том, что распада аустенита не наблюдается. Характерным для аустенитной фазы является наличие плоских скоплений дислокаций.

Снижение температуры нагрева под закалку от 1300 до 1000°C не вызвало изменений в тонкой структуре исследуемой стали. В закаленной от 1000°C стали основными фазами также являются δ -феррит и аустенит. Как при большей (в случае перегрева до 1300°C), так и при меньшей (при нагреве до 1000°C) степени переохлаждения наблюдается распад δ -феррита, что свидетельствует о его очень высокой склонности к распаду. Кроме этого замечены отдельные крупные частицы размером 200-300 нм, не растворившиеся при нагреве под закалку при 1000°C, которые присутствуют внутри ОЦК-фазы и при последующем старении практически не изменяются в размерах.

Наличие двухфазной структуры, состоящей из фаз с различной твердостью (прочностью), обуславливает относительно невысокую макротвердость (и прочность) закаленных аустенитно-ферритных сталей, что является необходимым условием для достаточно хорошей пластичности этих сталей в закаленном состоянии ($325HV_{30}$; $\sigma_b = 940$ МПа; $\psi = 73\%$; $\delta = 10\%$; $n = 90$).

Электронно-микроскопические исследования закаленных от 1000°C и состаренных на максимум

твердости при 500°C, 1 ч образцов аустенитно-ферритной стали показали, что после старения при этой температуре присутствуют, так же, как и в закаленном состоянии, те же две основные фазы: δ -феррит и аустенит. Типичные электронно-микроскопические структуры и соответствующие им электронограммы приведены на рис. 2. На микродифракционной картине в сечении (423) структурные рефлексы δ -фазы и интерметаллида (Fe,Ni)Al совпадают, но появляются сверхструктурные рефлексы. На темнопольном изображении в сверхструктурном рефлексе (120) выявляются яркие дисперсные выделения интерметаллидов (Fe,Ni)Al размером $\approx 20-30$ нм, имеющие упорядоченную ОЦК-решетку и когерентную связь с основным твердым раствором (рис. 2, б, д, е). Ориентационные соотношения δ -феррита и выделяющегося интерметаллида (Fe,Ni)Al можно описать как $\{001\}\delta\text{-феррита} \parallel \{001\}(\text{Fe,Ni})\text{Al}$ и $\langle 100 \rangle \delta\text{-феррита} \parallel \langle 100 \rangle (\text{Fe,Ni})\text{Al}$. Механические свойства образцов после закалки от 1000°C с последующим старением при 500°, 1 ч составляют: $350 HV_{30}$; $\sigma_b = 1150$ МПа; $\psi = 60\%$; $\delta = 9\%$; $n = 60$. Как на светлопольных, так и на темнопольных изображениях в рефлексе $(\bar{3}11)_\gamma$ выделений фаз не наблюдается (рис. 2 в, з). На электронограммах не наблюдается также отражений от решетки интерметаллида.

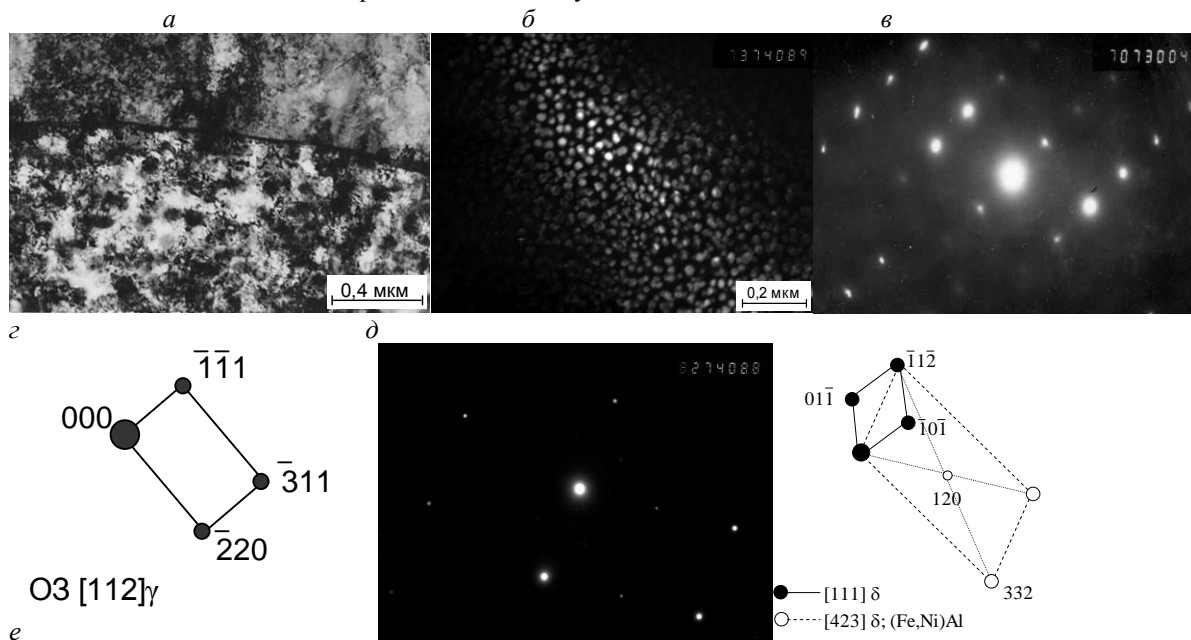


Рис. 2. Тонкая структура исследуемой стали после закалка 1000° С и последующего старения при 500°C: а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в сверхструктурном рефлексе (120)_{FeNiAl}; микродифракция (в) и схема ее расшифровки (з) с участка γ -фазы; микродифракция (д) и схема ее расшифровки (е) с участка δ -фазы;

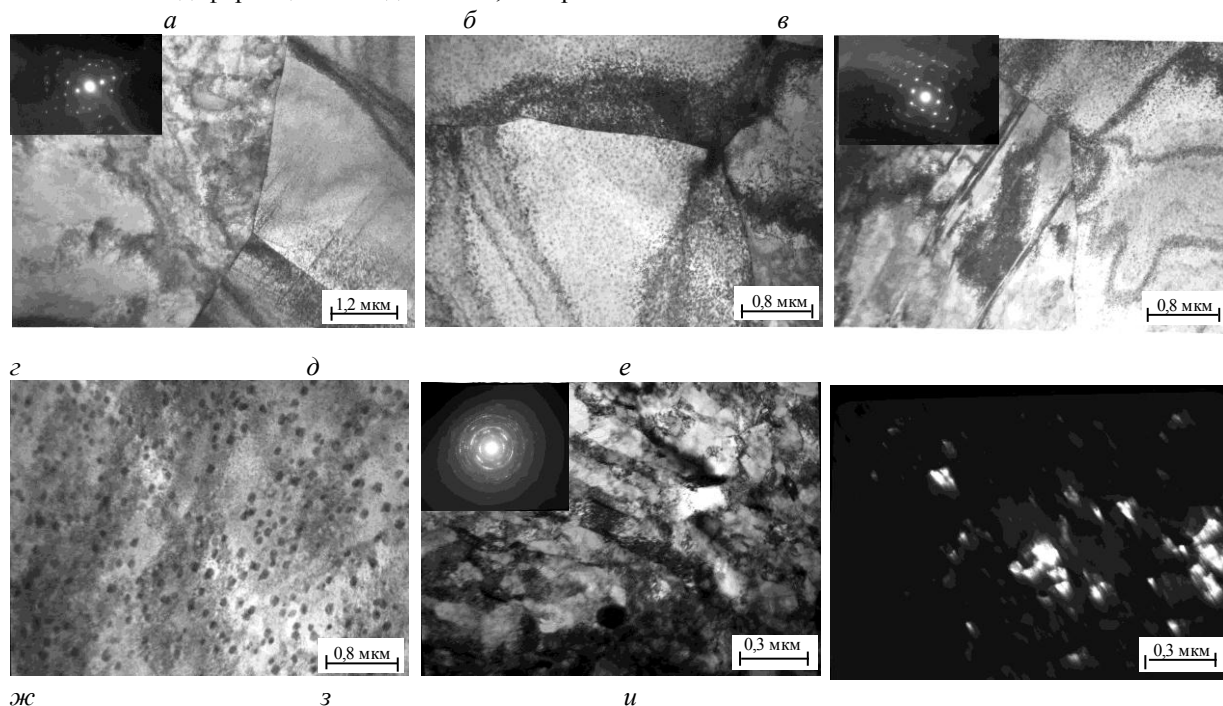
С повышением температуры старения до 650°C, выдержка 1 ч (перестаренное состояние)

тонкая структура несколько изменяется. Выявляются более крупные, фрагментированные, равномерно распределенные частицы размером

≈ 30 нм, которые светятся в темном поле в сверхструктурном рефлексе $(111)_{(Fe,Ni)Al}$, следовательно, они являются подросшими частицами $(Fe,Ni)Al$. Выделения крупных неравномерно распределенных в матричной δ -фазе частиц размером $\approx 250-300$ нм интерпретировать в данной работе не представилось возможным. По данным рентгеноструктурного и физико-химического фазового анализа, в структуре исследуемой стали после закалки и высокотемпературного старения при $650^\circ C$ возможно выделение фазы типа $Fe_2(Ni,Mo)$ и протекание $\delta \rightarrow \gamma$ -превращения. Наряду с выделением интерметаллидных фаз происходит перераспределение легирующих элементов в твердых растворах, приводящее к изменению фазового состава и соотношения выделяющихся фаз. Поскольку при старении закаленной стали механические свойства изменяются незначительно, то нецелесообразно проводить старение закаленной стали.

Деформация закаленной аустенитно-ферритной стали вызывает интенсивное упрочнение, и после максимального обжатия ($e \approx 2,0$) временное сопротивление разрыву σ_B возрастает почти в 2,5 раза по сравнению с закаленным состоянием и составляет 2250 МПа. Электронно-микроскопическими исследованиями была изучена эволюция структурообразования в аустенитно-ферритной стали при различных степенях деформации, которая приведена на рис.3. Деформация закаленной стали на небольшие ($e = 0,27$) и умеренные ($e = 0,75$) степени обжатия приводит к образованию сетчатоячеистой субструктуры. Образуются также тонкие деформационные двойники, которые

располагаются вначале преимущественно по одной системе сдвига, а затем с увеличением степени деформации по двум-трем системам. Наблюдаются контура экстинкции и в δ -феррите. Электронно-микроскопические исследования показали, что в ОЦК-матрице (δ -феррите) присутствуют высокодисперсные (типа «ряби») равноосные выделения интерметаллидной фазы $(Fe,Ni)Al$, имеющие упорядоченную ОЦК-решетку и когерентную связь с твердым раствором. С увеличением степени деформации до $e = 1,5$ и выше наблюдается интенсивное $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение и образование фрагментированной структуры. Объемная доля фрагментированной субструктуры возрастает с увеличением степени деформации (см. рис.3, *e* и табл.). Появление на электронограммах размытия рефлексов матрицы по кольцу свидетельствует о ее значительной фрагментации и увеличении азимутального угла разориентировки. В сильнодеформированной структуре анализ рентгенограмм весьма затруднителен, т.к. на формирование дифракционной картины влияет одновременно и присутствие фаз и особенности субструктуры. Образование мартенсита в аустенитной матрице, искаженной вследствие ее значительной деформации перед мартенситным превращением, приводит к наследованию им дефектов аустенита. В темнопольном изображении наблюдается «свечение» фазы в рефлексе $(121)_\alpha$ и $(Fe,Ni)Al$, т.е. в δ -феррите после деформации сохраняется присутствие упорядоченной интерметаллидной фазы $(Fe,Ni)Al$. Как показали результаты рентгеноструктурного анализа, аустенит стали 03X13H10K5M2Ю2Т является метастабильным и при деформации с $e = 2,0$ практически полностью переходит в мартенсит деформации.



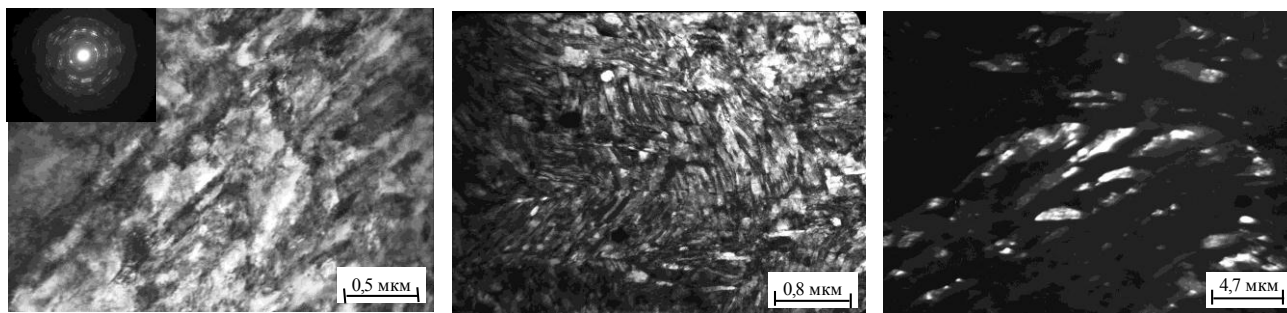


Рис. 3. Тонкая структура деформированной стали 03X13N10K5M2Ю2Т:
а, б, – деформация $e = 0,27$; в, г – деформация $e = 0,75$; д, е – деформация $e = 1,5$;
жс – деформация $e = 2,0$; з, и – деформация $e = 3,45$

Количественный фазовый анализ и оценка текстуры стали после холодной пластической деформации волочением с различными степенями обжатия

Истинная деформация, e	Фаза	стр. тип	Об. доля, %	Вес. доля, %	Периоды, анг.	Полусная плотность, Р
1,2	ОЦК	cI2/1	65.5 ± 0.3	64.9 ± 0.3	A= 2.876	$\langle 110 \rangle$, $P_{110}=1.9$
	ГЦК	cF4/1	34.5 ± 0.3	35.1 ± 0.3	A= 3.596	$\langle 111 \rangle$, $P_{111}=3.2$
1,75	ОЦК	cI2/1	92.9 ± 0.2	92.7 ± 0.2	A= 2.880	$\langle 110 \rangle$, $P_{110}=2,8$
	ГЦК	cF4/1	7.1 ± 0.2	7.3 ± 0.2	A= 3.607	–
3,6	ОЦК	cI2/1	96.6 ± 0.3	96.5 ± 0.3	A= 2.880	$\langle 110 \rangle$, $P_{110}=3.2$
	ГЦК	cF4/1	3.4 ± 0.3	3.5 ± 0.3	A= 3.604	–
4,55	ОЦК	cI2/1	100.0 ± 0.0	100.0 ± 0.0	A= 2.881	$\langle 110 \rangle$, $P_{110}=3.2$

Превращения, протекающие при нагреве холоднодеформированных образцов изучались методами терморентгеноструктурного анализа. Полученные термограммы, приведенные на рис. 4, показали присутствие в структуре деформированной стали при комнатной температуре одной ОЦК фазы (деформированного δ -феррита и мартенсита деформации). С повышением температуры нагрева до температур 550°C про-

исходит обратный переход мартенсита деформации в аустенит, при этом с повышением температуры нагрева восстанавливается соотношение ОЦК и ГЦК фаз 50:50, которое сохраняется в структуре закаленной стали. С повышением температуры нагрева наблюдается снижение ширины линий интенсивностей для ОЦК фазы (δ -феррита), что свидетельствует о протекании процессов рекристаллизации в нем.

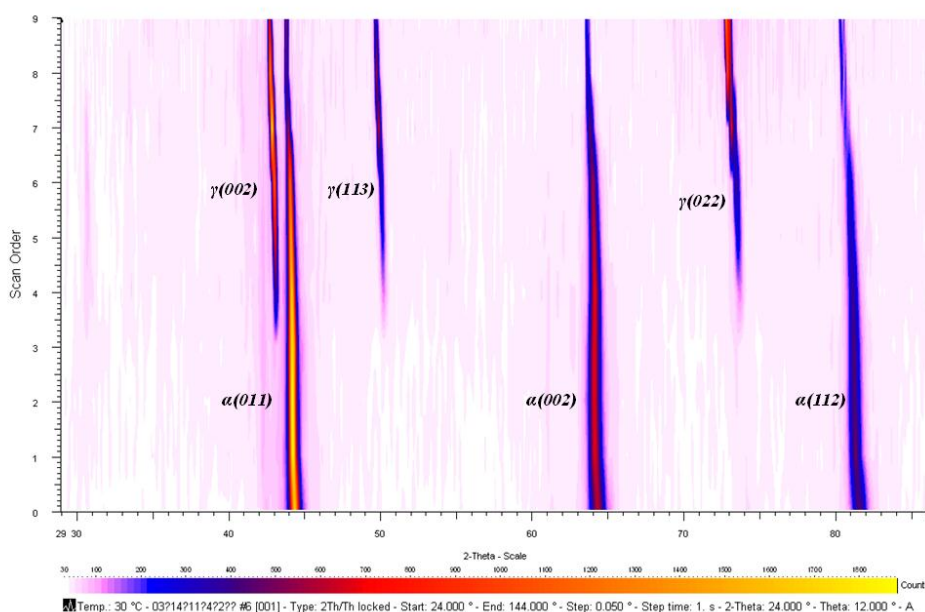


Рис.4 Результаты терморентгеноструктурного фазового анализа при нагреве деформированной стали ($e = 2,0$) в интервале температур от 20 до 1100°C с шагом 100°C

При электронно-микроскопическом исследовании деформированной ($\epsilon = 1,75$) и состаренной в течение 1 ч при 500°C стали было установлено, что после старения в структуре сохраняется волокнистый характер α -мартенсита, по границам которого видны тонкие прослойки γ -фазы (рис. 5а, б).

При такой обработке хорошо различается тонкая дислокационная структура мартенсита деформации, на микродифракционных картинах (рис. 5, в, г) которого не наблюдается распада, о чем свидетельствует сохранение высокой степени пересыщения α -твердого раствора. Области α -мартенсита окружены участками δ -феррита с выделившейся упорядоченной интерметаллидной фазой (Fe,Ni)Al (рис. 5, д, е, ж, з). При старении размер

частиц интерметаллидной фазы типа (Fe,Ni)Al увеличился до 40 нм, что усиливает дифракционный контраст от них на электронограммах. Повышение температуры старения до 650°C (рис. 6) приводит к резкому изменению структуры предварительно деформированного образца. На электронно-микроскопических снимках видны лишь кристаллы (α/δ), имеющие ОЦК-решетку с ярко выраженной сверхструктурой типа В2. В сверхструктурных рефлексах этой решетки четко видны подросшие включения интерметаллидной фазы округлой формы, причем отделить на электронных изображениях кристаллы δ -феррита и кристаллы распавшегося α -мартенсита не представляется возможным.

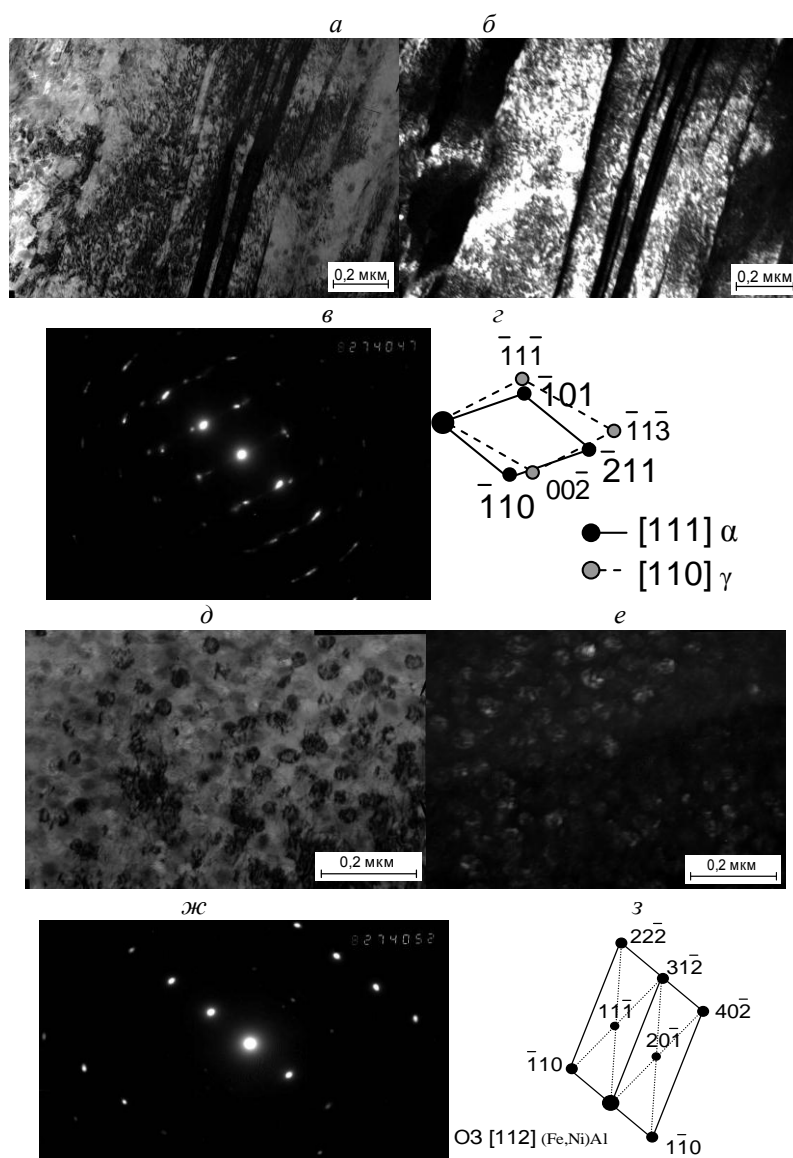


Рис. 5. Микроструктура стали 03X13H10K5M2Ю2Т после закалки, деформации ($\epsilon = 1,75$) и старения (500°C , 1 ч): а, д – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе $(\bar{1}10)_\alpha$; е – темнопольное изображение в сверхструктурном рефлексе $(11\bar{1})_{\text{FeNiAl}}$; микродифракция (в) и схема ее расшифровки (з) с участка α -фазы; микродифракция (ж) и схема ее расшифровки (3) с участка δ -фазы;

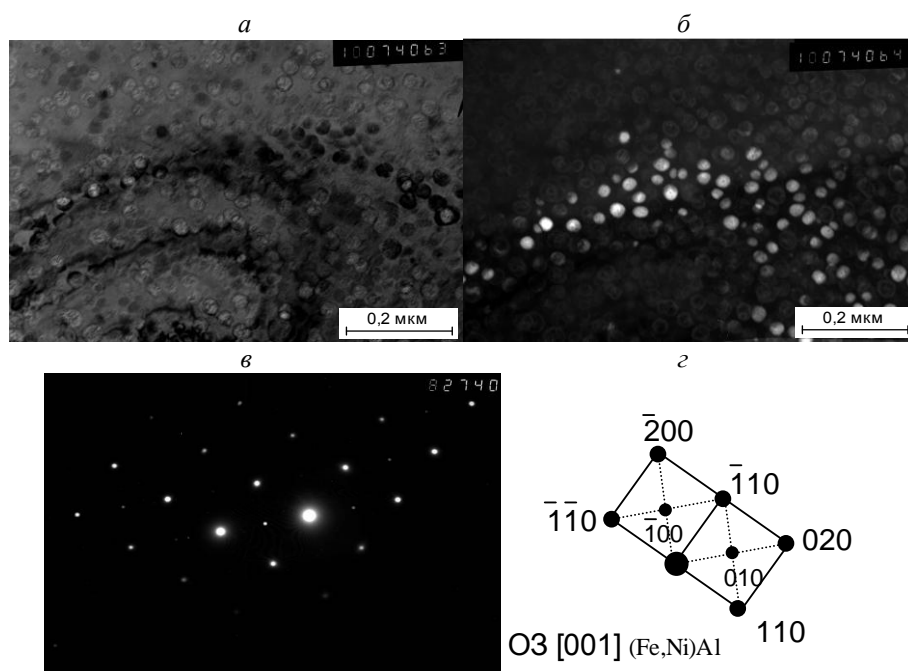


Рис.6. Микроструктура исследуемой стали после закалки, деформации ($\epsilon = 1,75$) и старения (650°C , 1 ч): a – светлопольное изображение; b – темнопольное изображение в рефлексе $(010)_{(Fe,Ni)Al}$; микродифракция (c) и схема ее расшифровки (d) с участка α -фазы;

Процессы старения, протекающие в обоих α/δ -твердых растворах, приводят к существенному изменению прочностных свойств стали, которые после закалки, деформации $\epsilon \sim 2,0$ и старения при 500°C , 1 ч составляют: 580 HV ; $\sigma_b = 2500 \text{ МПа}$; $\psi = 48 \%$; $\delta = 1,5 \%$; $n = 25$.

ВЫВОДЫ

1. В δ -феррите закаленной аустенитно-ферритной стали 03X14N10K5M2Ю2Т наблюдается распад с выделением упорядоченной интерметаллидной фазы $(\text{Fe,Ni})\text{Al}$ с решеткой типа B2.

2. Аустенит исследуемой стали в закаленном состоянии стабилен по отношению к распаду с выделением вторичных интерметаллидных фаз и нестабилен к $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращению при деформации и при деформации $\epsilon = 2,0$ практически полностью превращается в мартенсит деформации..

3. Разработанные аустенитно-ферритные стали склонны к старению (незначительному после закалки и в большей степени после деформации), причем достижение наиболее высоких прочностных свойств осуществляется при температурах старения $480..500^\circ \text{C}$. Фазой ответственной за упрочнение является алюминид типа NiAl , выделение которого происходит из ОЦК-твердого раствора.

4. Формирование высокопрочного состояния в аустенитно-ферритной стали достигается за счет получения δ - и γ -твердых растворов, деформационного упрочнения матричных фаз без фазовых переходов, деформационного упрочнения

за счет протекания сдвигового $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения и дисперсионного твердения пересыщенных δ/α -твердых растворов с ОЦК-решеткой с образованием упорядоченной интерметаллидной фазы $(\text{Fe,Ni})\text{Al}$.

Список литературы

1. Специальные стали. Учебник для вузов. М.И. Гольдштейн, С.В. Грачев, Ю.Г. Векслер. М.6 Металлургия, 1985. 408 с.
2. Высокопрочные коррозионно-стойкие стали современной авиации/ Науч. ред. А.Г. Братухина. М.: Изд.МАИ. 2006. 656с.
3. Вороненко Б.И. Современные коррозионно-стойкие аустенитно-ферритные стали (обзор) / Б.И. Вороненко // Металлургия, 1997, № 10. – С. 20-29.
4. Гуляев А.П. Новые низколегированные нержавеющие стали / А.П. Гуляев, Т.А. Жадан. – М. : Машиностроение, 1972. 104 с.
5. Crachev, S.V. Austenite-ferrite corrosion-resistant steel for high-strength wire./ S.V. Crachev, L.A. Mal'tseva, T.V. Mal'tseva .Source: Metal Science and heat treatment.- 2000. -V.42. -Issue: 11-12 .P.: 419-422.
6. Mal'tseva, L.A. Structure and strength properties of a corrosion-resistant austenitic-ferritic medical steel alter thermoplastic deformation./ L.A. Mal'tseva, 2011.Russian Metallurgy (Metally) 2011 (4).P. 307-313.
7. Mal'tseva, L.A. Special features of hardening of austenitic-ferritic steel alter thermoplastic treatment/ L.A. Mal'tseva, A.A Arkhangel'skaya, N.V. Kataeva, T.V. Mal'tseva, N.N. Ozerets. Source: Metal Science and heat treatment.- 2010.-V. 52- Issue: 1-2. P.: 39-45.